

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号
特開2001-33376
(P2001-33376A)

(43) 公開日 平成13年2月9日(2001.2.9)

(51) Int.Cl.⁷

識別記号

F I

テマコード* (参考)

G 0 1 N 15/02

G 0 1 N 15/02

A

審査請求 未請求 請求項の数12 O L (全 6 頁)

(21) 出願番号 特願平11-266182

(22) 出願日 平成11年9月20日(1999.9.20)

(31) 優先権主張番号 特願平11-138035

(32) 優先日 平成11年5月19日(1999.5.19)

(33) 優先権主張国 日本 (J P)

(71) 出願人 000155023

株式会社堀場製作所

京都府京都市南区吉祥院宮の東町2番地

(72) 発明者 山口 哲司

京都府京都市南区吉祥院宮の東町2番地

株式会社堀場製作所内

(74) 代理人 100074273

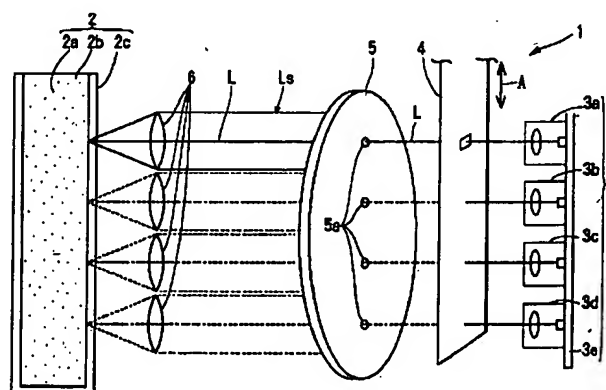
弁理士 藤本 英夫

(54) 【発明の名称】 粒子径分布測定装置および粒子径分布測定方法

(57) 【要約】

【課題】 測定対象試料の色やM i e 散乱によって特徴付けられる粒子径による散乱光の減少を補って、より高精度の粒子径分布を求めることができる粒子径分布測定装置および粒子径分布測定方法を提供する。

【解決手段】 測定対象試料2にレーザー光Lを照射して、生じる散乱光L sを電気的な検出信号に変換し、この検出信号を逆演算して試料に含まれる粒子2 aの粒子径分布を算出する粒子径分布測定装置1において、試料2に応じて照射するレーザー光Lの波長を変更可能とするレーザー発光部3と、測定対象試料2から最も強い散乱光L sを測定可能である波長のレーザー光を照射したときの試料からの散乱光L sを用いて、試料2に含まれる粒子2 aの粒子径分布を解析する粒子径分布解析部1 aとを有する。



1…粒子径分布測定装置
2…測定対象試料
2a…粒子
3, 3a~3d…レーザー発光部
4…シャッター
5…反射鏡
L…レーザー光
Ls…散乱光

【特許請求の範囲】

【請求項 1】 測定対象試料にレーザ光を照射して、生じる散乱光を電気的な検出信号に変換し、この検出信号を逆演算して試料に含まれる粒子の粒子径分布を算出する粒子径分布測定装置において、試料に応じて照射するレーザ光の波長を変更可能とするレーザ発光部と、測定対象試料から最も強い散乱光を測定可能である波長のレーザ光を照射したときの試料からの散乱光を用いて、試料に含まれる粒子の粒子径分布を解析する粒子径分布解析部とを有することを特徴とする粒子径分布測定装置。

【請求項 2】 前記レーザ発光部がそれぞれ波長の異なるレーザ光を出力する複数のレーザ発光部である請求項 1 に記載の粒子径分布測定装置。

【請求項 3】 前記各レーザ発光部からのレーザ光を試料に対して異なる角度で照射する光学系を有する請求項 2 に記載の粒子径分布測定装置。

【請求項 4】 前記レーザ発光部からのレーザ光を選択的に試料に照射する遮蔽板を有する請求項 2 または 3 に記載の粒子径分布測定装置。

【請求項 5】 前記レーザ発光部からのレーザ光を選択的に試料に照射する反射鏡を有する請求項 2 または 3 に記載の粒子径分布測定装置。

【請求項 6】 前記レーザ発光部が移動してレーザ光を選択的に試料に照射するように構成した請求項 2 または 3 に記載の粒子径分布測定装置。

【請求項 7】 測定対象試料にレーザ光を照射して、生じる散乱光を電気的な検出信号に変換し、この検出信号を逆演算して試料に含まれる粒子の粒子径分布を算出する測定方法であって、試料に応じて照射するレーザ光の波長を変更して、測定対象試料から最も強い散乱光を検出可能である波長のレーザ光を照射したときにおける試料からの散乱光を用いて、試料に含まれる粒子の粒子径分布を解析することを特徴とする粒子径分布測定方法。

【請求項 8】 前記レーザ光の波長を異ならせるために、それぞれ異なる波長のレーザ光を照射する複数のレーザ発光部を用いる請求項 7 に記載の粒子径分布測定方法。

【請求項 9】 前記各レーザ発光部ごとにそれぞれ設けた光学系によって、前記各レーザ発光部からのレーザ光を試料に対して異なる角度で照射する請求項 8 に記載の粒子径分布測定方法。

【請求項 10】 前記レーザ発光部からのレーザ光を遮蔽板によって選択的に試料に照射する請求項 7 または 8 に記載の粒子径分布測定方法。

【請求項 11】 前記レーザ発光部からのレーザ光を反射鏡によって選択的に試料に照射する請求項 7 または 8 に記載の粒子径分布測定方法。

【請求項 12】 前記レーザ発光部を移動してレーザ光を選択的に試料に照射する請求項 7 または 8 に記載の粒

【発明の詳細な説明】**【0001】**

【発明の属する技術分野】 本発明は、レーザ光による動的散乱を利用した粒子径分布測定装置および粒子径分布測定方法に関するものである。

【0002】

【従来の技術】 近年、測定対象試料の溶媒中に分散する粒子の粒子径分布を測定する粒子径分布測定装置が提案されている。すなわち、この粒子径分布測定装置は、測定対象試料に対して特定波長のレーザ光を照射し、粒子に当たって散乱した散乱光を検出器に入射させる。このとき、ブラウン運動する粒子に照射したレーザ光のドップラーシフトにより生じる散乱光の干渉光を検出して、この拡散光の検出信号をフーリエ変換して周波数解析することにより、測定した光強度の周波数特性を求めることができる。ついで、この光強度の周波数特性から粒子径分布の測定を行うことが提案されている。

【0003】

【発明が解決しようとする課題】 ところが、上述の粒子径分布測定装置では、レーザ発光部として例えば波長が 650 nm のレーザ光を照射するものを使用していたが、これでは、ある種の測定対象試料には有効であっても、その他の測定対象試料には散乱強度が弱くなって不利益となることがあった。すなわち、例えば、測定対象試料の溶媒に色（波長 650 nm の場合は赤色）が付いている場合には、この溶媒によってレーザ光の吸収が生じるため、十分な強度の拡散光を得ることができなかった。このために、従来の粒子径分布測定装置による測定精度は測定対象試料の色に依存することが多かった。

【0004】 これに加えて、粒子による光の散乱強度は一樣ではなく、光の波長に依存する独特の散乱強度を有する。図 6 は Mie 散乱理論によって求められた粒子による光の散乱強度を示す図であり、一例として波長 650 nm のレーザ光の 180° の位置における拡散強度を表わしている。図 6 に示すように、波長 650 nm のレーザ光を用いた場合、粒子径が約 300 nm、約 1100 nm の大きさの粒子に対する散乱強度は非常に弱くなる。このために、弱くなった散乱光を用いて逆演算を行うときに、精度に限界が生じることは避けられなかった。

【0005】 本発明は、上述の事柄を考慮に入れてなされたものであって、その目的とするところは、測定対象試料の色や Mie 散乱によって特徴付けられる粒子径による散乱光の減少を補って、より高精度の粒子径分布を求めることができる粒子径分布測定装置および粒子径分布測定方法を提供することにある。

【0006】

【課題を解決するための手段】 上記目的を達成するために、本発明の粒子径分布測定装置は、測定対象試料にレ

変換し、この検出信号を逆演算して試料に含まれる粒子の粒子径分布を算出する粒子径分布測定装置において、試料に応じて照射するレーザー光の波長を変更可能とするレーザー発光部と、測定対象試料から最も強い散乱光を測定可能である波長のレーザー光を照射したときの試料からの散乱光を用いて、試料に含まれる粒子の粒子径分布を解析する粒子径分布解析部とを有することを特徴としている。なお、ここでいう逆演算とは、周波数特性と応答関数と粒子径分布の関係式である第1種フレドホルム積分方程式から粒子径分布を求めることをいうのであって、コンボリューション積分から粒子径分布を求めるデコンボリューションとは異なるものである。

【0007】したがって、測定対象試料の色や測定しようとする粒子径の大きさに応じて照射するレーザー光の波長を変更することで、測定する散乱光の強度を増すことができ、目的とする粒子径分布の測定をより正確に測定することができる。前記レーザー光の波長としては、可視領域の色を持つ測定対象試料に対して、例えば、青色、緑色、赤色の光を発光するものであってもよい。また、可視光すべてを吸収する黒色の測定対象試料に対しては、近赤外光のレーザーを発光してもよい。

【0008】なお、本出願人は1998年10月30日付けで、「粒度分布解析方法」（特願平10-309978号：以下、先願の発明という）を出願しており、測定時の諸条件に合わせた理論式を用いて粒子径分布を解析する新たな解析方法を提案している。そして、本発明のように照射するレーザー光の波長を変更した場合にも、前記先願の発明において提案した解析を行うことにより、粒子径分布の解析精度を落とすことなく測定可能である。

【0009】前記レーザー発光部がそれぞれ波長の異なるレーザー光を出力する複数のレーザー発光部である場合には、各レーザー発光部の構成が簡素になるので、製造コストを引き下げることができる。また、レーザー光の照射や散乱光の受光は波長毎に分けて行ってもよく、同時に行ってもよい。さらに、前記各レーザー発光部からのレーザー光を試料に対して異なる角度で照射する光学系を設けることにより、複数のレーザー発光部の光をそれぞれの光学系を用いて、測定対象試料に照射して粒子径分布を測定することができる。

【0010】前記複数のレーザー発光部からのレーザー光を測定対象試料に択一的に照射する場合は、前記レーザー発光部からのレーザー光を選択的に試料に照射する遮蔽板を設けてもよい。あるいは、前記レーザー発光部からのレーザー光を選択的に試料に照射する反射鏡を設けてもよい。または、前記レーザー発光部を移動してレーザー光を選択的に試料に照射してもよい。

【0011】本発明の粒子径分布測定方法は、測定対象試料にレーザー光を照射して、生じる散乱光を電氣的な検

れる粒子の粒子径分布を算出する測定方法であって、試料に応じて照射するレーザー光の波長を変更して、測定対象試料から最も強い散乱光を検出可能である波長のレーザー光を照射したときにおける試料からの散乱光を用いて、試料に含まれる粒子の粒子径分布を解析することを特徴としている。

【0012】また、前記レーザー光の波長を異ならせるために、それぞれ異なる波長のレーザー光を照射する複数のレーザー発光部を用いてもよい。さらに、この場合、前記各レーザー発光部ごとにそれぞれ設けた光学系によって、前記各レーザー発光部からのレーザー光を試料に対して異なる角度で照射してもよい。

【0013】そして、前記レーザー発光部からのレーザー光を択一的に試料に照射する方法として、前記レーザー発光部からのレーザー光を遮蔽板によって選択的に試料に照射してもよい。あるいは、前記レーザー発光部からのレーザー光を反射鏡によって選択的に試料に照射してもよい。または、前記レーザー発光部を移動してレーザー光を選択的に試料に照射してもよい。

【0014】

【発明の実施の形態】図1、2は本発明の第1実施例である粒子径分布測定装置1の要部を示す図である。図1、2において、2は測定対象試料（以下、サンプル）であり、例えば、測定対象となる粒子2aと、溶媒2bと、これら2a、2bを収容するセル2cとからなる。

【0015】3はこのサンプル2に照射するレーザー光Lの波長を変更可能とするレーザー発光部であり、本例ではそれぞれ赤色、緑色、青色、近赤外のレーザー光Lを出射するレーザーダイオード3a～3dと、これらのレーザーダイオード3a～3dを取り付けた共通の基板2eとを有している。4はこれらのレーザーダイオード3a～3dからのレーザー光Lを選択的に透過する遮蔽板（以下、シャッタ）、5は前記レーザー光Lを透過する孔5aを有する反射鏡、6は前記孔5aを透過したレーザー光Lをサンプル2に照射すると共に、サンプル2によって散乱した散乱光Lsを平行光にするレンズである。

【0016】また、図2に図示する7は反射鏡5によって反射された散乱光Lsを各レーザーダイオード3a～3dに対応する4つの検出器8に集光させるレンズである。上述した光学系を有する粒子径分布測定装置1によれば、シャッタ4を両矢印Aに示す方向に摺動することにより、それぞれ異なる波長を有するレーザー光Lをサンプル2に入射させて、その散乱光Lsの強度を検出器8によって測定することができる。1aはこれらの検出器8からの検出信号を逆演算して粒子径分布を解析する粒子径分布解析部である。

【0017】このとき、サンプル2の溶媒2bの色や、Mie散乱に依存する散乱光Lsの減少などの影響に依存する散乱光Lsの強度は、照射するレーザー光Lの波長

置1は前記シャッタ4を順次切り換えることにより、前記検出器8によって測定する散乱光Lsの強度を順次比較する。

【0018】そして、粒子径分布測定装置1は最も強い散乱光Lsを得ることができる波長のレーザ光Lを照射するレーザダイオードを選択し、そのレーザダイオードからのレーザ光Lのみを透過するようにシャッタ4を制御する。また、選択したレーザダイオードが射出するレーザ光Lの波長を、粒子径分布の演算に必要なデータとして、測定時の各種条件と共に、逆演算のための応答関数を作成するために用いられる。

【0019】なお、この逆演算の方法については、本出願人が先願の発明に開示している方法によって行うことができる。したがって、レーザ光Lの波長を変更しても、これに合わせた逆演算をすることにより、高精度の演算を行うことができる。

【0020】また、本例の粒子径分布測定装置1によれば、最も強い散乱光Lsを測定できる波長を選択してサンプル2に照射するので、サンプル2自体の色に依存するレーザ光Lの吸収や、Mie散乱理論によって明らかにされている散乱強度分布の谷間の影響を抑えることができる。つまり、可及的に高精度の粒子径分布を測定することができる。

【0021】なお、上述の例では、赤色、緑色、青色、近赤外半導体レーザダイオード3a～3dを一列に配列した基板3eによって波長を変更可能とするレーザ発光部3を構成しているが、本発明は、波長を変更可能とするレーザ発光部3の構成を限定するものではない。例えば、波長を変更できる範囲を4段階ではなく、5段階以上に変更可能としてもよい、また、機能的に十分である場合には、3段階以下に変更可能としてもよい。

【0022】さらには、本例ではレーザダイオード3a～3dを一つの基板3eに配列することにより、レーザダイオード3a～3dの発光制御回路を共通化し、回路の簡素化を行っているが、各レーザダイオード3a～3dごとにその制御回路を形成してもよいことは言うまでもない。加えて、レーザ発光部3にヘリウムネオンレーザを含めたり、複数の波長のレーザを発光可能である一つの色素レーザを用いてもよい。

【0023】また、上述の例では各レーザダイオード3a～3dから生じたレーザ光Lを別々の検出器8によって測定しているので、前記シャッタ4を取り除いて、同時に各波長のレーザ光Lによる散乱光Lsを測定するようにしてもよい。この場合、粒子径分布の測定に必要な時間を短くしたり、各波長のレーザ光Lによる散乱光Lsを総合的に判断した粒子径分布の解析を行うことも可能となる。

【0024】なお、本発明はシャッタ4、反射鏡5、レンズ6、7および検出器などの光学系の構成も上述した

【0025】すなわち、図3に示すように、シャッタ4が孔4a、4bを有しており、モータ4cによって回転されることにより透過するレーザ光Lを選択可能とするものとしてもよい。また、反射鏡5が各レーザダイオード3a～3dに合わせて形成されたスリット5bを有するように構成されたものであってもよい。さらに、各レーザダイオード3a～3dからのレーザ光Lをサンプル2に照射するレンズ6'は大口径レンズを用いることにより、レンズ6'を一つにすることができる。

【0026】また、図2に示しているように、散乱光Lsを受けるレンズ7'も大口径レンズにすることにより、レンズ7'および検出器8'を一つにすることが可能である。すなわち、粒子径分布測定装置1の構成を簡素にすることができる。

【0027】図4は、照射するレーザ光Lの波長を変更可能とするレーザ発光部3'の部分の別の例を示す図である。図4において、9a、9bは反射鏡であり、レーザダイオード3a～3dからのレーザ光Lをサンプル2に選択的に照射させるものである。すなわち、例えば反射鏡9aを固定し、反射鏡9bを両矢印Bに示すように摺動することにより、レーザダイオード3a～3dのうち一つを選択してサンプル2に照射することができる。

【0028】また、前記反射鏡9bを固定して、両矢印Cに示すように、レーザダイオード3a～3dを基板3eごと摺動することにより、いずれか一つのレーザダイオードからのレーザ光Lをサンプル2に照射することができる。なお、このレーザダイオード3a～3dを移動させる方法は摺動に限られるものではなく、矢印Dに示すように回転してもよいことは言うまでもない。

【0029】図5は光学系10の別の例を示している。本例では、各レーザ発光部3a～3dからのレーザ光Lをサンプル2に対して異なる角度で照射する光学系10を有している。すなわち、各レーザ発光部3a～3dに対応する複数のシャッタ11a～11d、反射鏡12a～12d、反射鏡13a～13b、レンズ14a～14d、15a～15dおよび検出器16a～16dを有している。

【0030】なお、本例の場合、サンプル2に対して照射されるレーザ光Lの照射位置を変えることにより、シャッタ14a～14dを取り除いて、波長の異なるレーザ光Lを複数同時に照射することが可能となる。

【0031】また、上述した図1～5に示した、レーザ発光部3、3'、シャッタ4、11a～11d、反射鏡5、13a～13d、レンズ6、6'、7、7'、14a～14d、15a～15d、および、反射鏡9a、9b、12a～12dの構成は、レーザ光Lを用いる動的な光散乱を用いた粒子径分布測定装置1において、波長の異なる数種類のレーザ発光部3a～3eを組み込み、着色サンプル2に吸収されることのない波長のレーザ光L

sを検出するための具体的な構成を例示しているに過ぎない。したがって、上述した説明の組み合わせに限られるものではなく、任意に組み合わせて、同様の効果が得られることは言うまでもない。

【0032】

【発明の効果】以上説明したように、本発明によれば、測定対象試料の色や測定しようとする粒子径の大きさに応じて照射するレーザ光の波長を変更することにより、測定対象試料が特定波長のレーザ光を吸収するものであったとしても、測定する散乱光の強度を増すことができる。つまり、粒子径分布測定装置の測定精度を向上することができる。

【0033】前記レーザ発光部がそれぞれ波長の異なるレーザ光を出力する複数のレーザ発光部である場合には、各レーザ発光部の構成が簡素になるので、製造コストを引き下げることができる。

【図面の簡単な説明】

【図1】本発明の一実施例である粒子径分布測定装置の測定装置を示す図である。

【図2】前記粒子径分布測定装置を別の角度から見た図である。

【図3】前記粒子径分布測定装置の変形例を示す図である。

【図4】前記粒子径分布測定装置のレーザ発光部の変形例を示す図である。

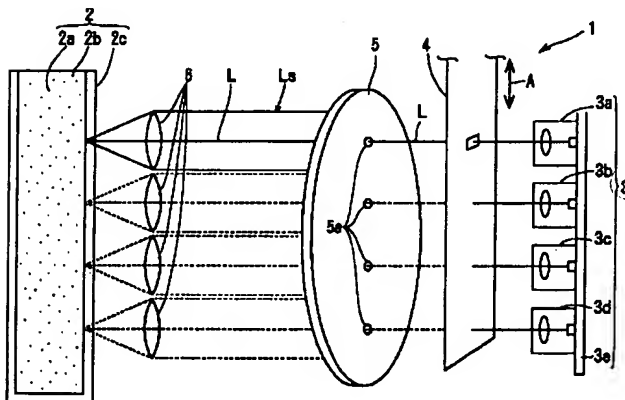
【図5】粒子径分布測定装置の光学系の変形例を示す図である。

【図6】Mie 拡散理論による散乱光強度の分布を示す図である。

【符号の説明】

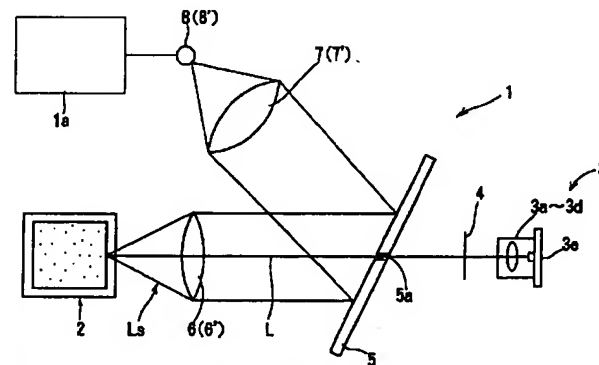
1…粒子径分布測定装置、1a…粒子径分布解析部、2…測定対象試料、2a…粒子、3、3a～3d…レーザ発光部、4…遮蔽板、5…反射鏡、8、8'…検出器、10…光学系、L…レーザ光、Ls…散乱光。

【図1】



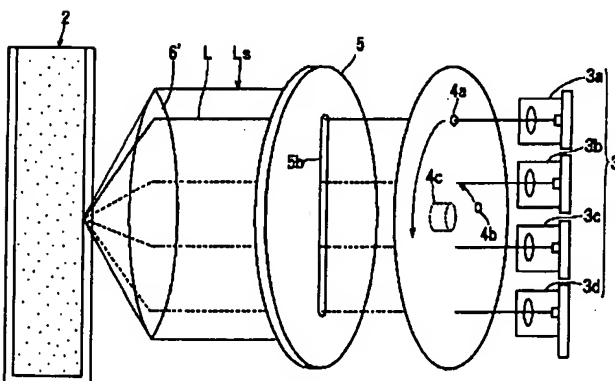
1…粒子径分布測定装置
2…測定対象試料
2a…粒子
3, 3a～3d…レーザ発光部
4…シャッター
5…反射鏡
L…レーザ光
Ls…散乱光

【図2】

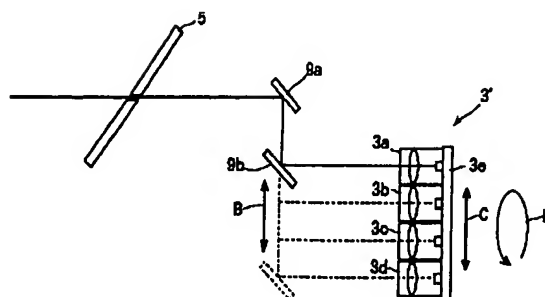


1a…粒子径分布解析部
8, 8'…検出器

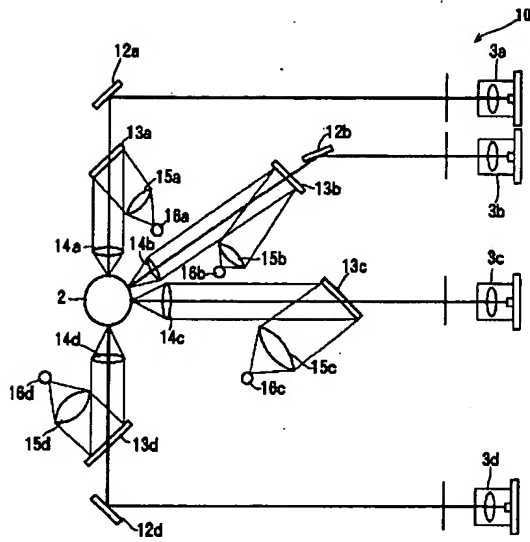
【図3】



【図4】

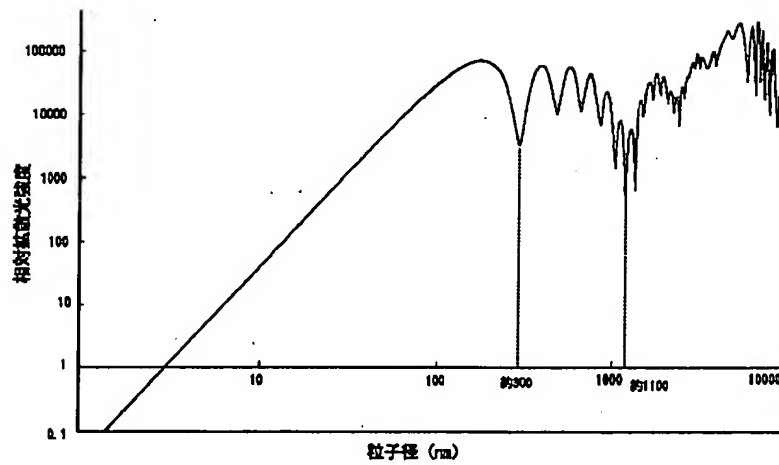


【図 5】



【図 6】

Mie 散乱強度 (180°) $\lambda = 650\text{nm}$ を入射



PARTICLE SIZE DISTRIBUTION MEASURING APPARATUS AND METHOD

FIELD OF THE INVENTION

The present invention relates to an apparatus for measuring particle size distribution by dynamic light scattering.

DESCRIPTION OF THE PRIOR ART

In recent years, apparatuses for measuring particle size distribution, which measure the particle size distribution of particles dispersed in a solvent have been proposed. The measuring system of these apparatuses is described as follows: the apparatus for measuring particle size distribution directs a laser beam having a specific wavelength to the sample and detects a scattering light from the particles on a detector. Interference light of the scattering light, which is caused by a Doppler shift of the laser beam that is directed to the particles in Brownian motion, is detected. The detection signal of the scattering light is calculated by a Fourier transform so that its power spectrum is calculated. The relationship between the frequency and light intensity is obtained. Next, the particle size distribution is calculated by the power spectrum.

In the above-mentioned apparatus for measuring particle size distribution, the laser light source using, for example, a laser beam having a wavelength of 650 nm have been adopted. Although the laser source of this type is effective for particular samples to be measured, it tends to be ineffective for other samples to be measured due to its weak scattering light intensity. For example, in the case where the sample is colored since the laser beam is absorbed by the sample, scattering light intensity is too weak. Therefore, the measuring precision of the particle size distribution is highly dependent upon the color of the sample to be measured.

Moreover, the scattering light from each size particle depends on the wavelength of light. FIG. 6 is a graph that shows the scattering light intensity caused by each particle size, which is obtained through Mie's scattering theory. This case displays the scattering light intensity of a laser beam having a wavelength of 650 nm at the position of 180 degrees. As shown in FIG. 6, where a laser beam having a wavelength of 650 nm is used, approximately 300nm and 110nm size particles display very weak scattering light intensity. For this reason, if inverse operation

processes for calculating particle size distribution are carried out by using such weak scattering light intensity, the measurement precision will not be good.

SUMMARY OF THE INVENTION

5 The present invention has been devised so as to solve the above-mentioned problems, and its objective is to provide an apparatus for measuring particle size distribution which can find the particle size distribution with higher precision by avoiding a reduction of scattering light due to the color of a sample and due to the particle size characterized by Mie scattering theory, and a method for measuring particle size distribution using such an apparatus.

10 In order to achieve the above-mentioned objective, the apparatus for measuring particle size distribution of the present invention, which directs a laser beam to a sample, converts the resulting scattering light intensity into an electrical detection signal and carries out inverse operation processes on the detection signal to calculate the particle size distribution. The measuring apparatus is characterized by being provided with a laser source for variably changing the wavelength of the laser beam to be applied depending on the samples. A particle size
15 distribution analysis section analyzes the particle size distribution of the particles contained in the sample by using scattering light from the sample that are obtained upon application of the laser beam having a wavelength that allows measurement of the strongest scattering light from the sample to be measured. Here, the inverse operation processes refer to processes for obtaining the particle size distribution from an integral equation of Fredholm of a first type that is a
20 relational expression among the power spectrum, response function and particle size distribution. This is distinct from deconvolution for finding the particle size distribution from convolution integration.

Therefore, since the wavelength of the laser beam to be irradiated is changed in accordance with the color of a sample and particle size, the scattering light intensity can be
25 increased so that it becomes possible to measure the target particle size distribution more accurately. With respect to the wavelength of the laser beam, for example, those having light emissions of blue, green and red may be used for measuring samples having colors within the visible range. Moreover, with respect to black measuring samples that absorb all the visible light rays, those having light emissions of near infrared rays may be used.

Additionally, the applicant of the present application filed a patent application on October 30, 1998, named "Particle Size Distribution Analyzing Method" (Japanese patent application no. 309978/1998 (Tokukaihei 10-309978), hereinafter, referred to as the prior application). In the prior application, a new analyzing method for measuring the particle size distribution by using a theoretical formula that are conformed to various measurement conditions was proposed. Here, even in the case where the wavelength of the laser beam to be irradiated is changed as in the case of the present invention, the analysis proposed in the prior application may be adopted so as to measure the particle size distribution with high precision.

In the case where the laser light source is provided with a plurality of laser light sources for outputting laser beams having respectively different wavelengths, it is possible to reduce production costs because each of the laser light sources have a simpler construction. Moreover, the irradiation of the laser beam and the receipt of scattering light may be carried out for each wavelength or may be carried out simultaneously. Moreover, an optical system for irradiating the laser light from each of the laser light sources to a sample with different angles may be installed. Thus, laser beams from the respective laser light sources are directed to a sample by using the respective optical systems so as to measure the particle size distribution.

In the case where laser beams from the laser light sources are selected and irradiated to the sample, a shielding plate for selectively directing the laser beams from the laser light sources to the sample may be installed. Alternatively, a reflection mirror for selectively irradiating the laser beams from the laser light sources to the sample may be installed. Moreover, the laser light sources may be shifted so as to selectively irradiate the laser beam to the sample.

The method for measuring a particle size distribution in accordance with present invention, which directs a laser beam to a sample, converts the resulting scattering light intensity into an electrical detection signal and performs inverse operation processes on the detection signal to calculate the particle size distribution, is provided with the steps of: variably changing the wavelength of the laser beam to be applied depending on samples, and analyzing the particle size distribution in the sample by using scattering light from the sample that are obtained upon irradiation of the laser beam having a wavelength that allows measurement of the strongest scattering light intensity from the sample.

Moreover, in order to change the wavelength of the laser beam, a plurality of laser light sources for irradiating laser beams having respectively different wavelengths may be used. Furthermore, in this case, the optical systems respectively attached to the laser light sources may be used for irradiating the laser beams from the respective laser light sources to the sample from
5 different angles.

With respect to methods for selectively irradiating laser beams from the laser light sources to the sample, a shielding plate is used for selectively directing the laser beams from the laser light sources to the sample. Alternatively, a reflection mirror for selectively directing the laser beams from the laser light sources to the sample may be installed. Moreover, the laser light
10 sources may be shifted so as to selectively irradiate the laser beam to the sample.

Brief Description Of The Drawings

FIG. 1 is a schematic view of one embodiment of an apparatus for measuring particle size distribution in accordance with the present invention;

FIG. 2 is a schematic view of the apparatus for measuring particle size distribution
15 viewed from another angle;

FIG. 3 is a schematic view of a modified example of the apparatus for measuring particle size distribution;

FIG. 4 is a schematic view of a modified example of a laser light source of the apparatus
) for measuring particle size distribution;

FIG. 5 is a schematic view of a modified example of an optical system of the apparatus
20 for measuring particle size distribution; and

FIG. 6 is a graph showing the relationship of scattering light intensity based upon Mie's scattering theory.

Detailed Description Of The Preferred Embodiments

FIGS. 1 and 2 are schematic views that show essential portions of an apparatus for measuring particle size distribution 1 in accordance with a first embodiment of the present invention. In FIGS. 1 and 2, reference number 2 is a sample to be measured (hereinafter, referred to as sample), which is, for example, constituted by particles 2a to be measured, a solvent 2b and a cell 2c.

Reference number 3 is a laser light sources which can change the wavelength of the laser beam L to be irradiated to the sample 2. In the present embodiment, the light sources 3 is provided with laser diodes 3a to 3d for respectively irradiating laser beams L of red, green, blue and near infrared, and a common PCB (printed circuit board) 3e to which these laser diodes 3a to 3d are attached. Reference number 4 is a shielding plate (hereinafter, referred to as shutter) for selectively directing the laser beams L from the laser diodes 3a to 3d; reference number 5 is a reflection mirror having a hole 5a through which the laser beam L is allowed to pass; and reference number 6 is a lens which directs the laser beam L that has passed through the hole 5a to the sample 2 and collimate the scattering light Ls from the sample 2.

Moreover, as illustrated in FIG. 2, reference number 7 is a lens for collecting the scattering light Ls reflected by the reflection mirror 5 into four detectors 8 corresponding to the respective diodes 3a to 3d. In accordance with the apparatus for measuring particle size distribution 1 having the above-mentioned optical system, the shutter 4 is allowed to slide in directions indicated by two-sided arrow A so that laser beams L having respectively different wavelengths are made incident on the sample 2. Thus, the intensity of the scattering light Ls are measured by the detectors 8. Reference number 1a is a particle size distribution calculating section for analyzing the particle size distribution by carrying out inverse operation processes on detection signals from these detectors 8.

At this time, the intensity of the scattering light Ls, which is affected by the color of the sample particle 2a and a reduction in the scattering light Ls caused by Mie scattering theory, is changed by the wavelength of the laser beam L. Therefore, in the apparatus for measuring particle size distribution 1 of the present embodiment, the intensity of the scattering light Ls to be measured by the detectors 8 is compared by successively switching the shutter 4.

Then, in the apparatus for measuring particle size distribution 1, the laser diode which

applies the laser beam 1 having a wavelength for obtaining the strongest scattering light L_s is selected. The shutter 4 is controlled to allow only the laser beam from the resulting laser diode to be transmitted. Here, the wavelength of the laser beam L , which is irradiated by the selected laser diode, is used to calculate a response function for inverse operation processes, as data
5 required for the calculations on the particle size distribution, together with various measurement conditions.

Additionally, with respect to the method for inverse operations, the method disclosed in the prior invention by the applicant of the present invention may be adopted. Thus, even if the wavelength of the laser beam L is changed, operations can be calculated with high precision by
10 carrying out inverse operation processes to recalculate the wavelength of the laser beam L .

Moreover, in accordance with the apparatus for measuring particle size distribution 1 of the present embodiment, the wavelength corresponding to measurement of the strongest scattering light L_s is selected and irradiated to the sample 2. Therefore, it is possible to avoid effects caused by the absorption of the laser beam L dependent on the color of the sample 2a and
15 by reduction of scattering light intensity by Mie's scattering theory. In other words, it is possible to variably measure the particle size distribution with high precision.

Additionally, in the above-mentioned embodiment, the laser light sources 3 that can change the wavelength is constituted by a PCB 3e on which the semiconductor laser diodes 3a to 3d of red, green, blue and near infrared are aligned in a single row. However, the construction of the laser light sources 3 that can change the wavelength of the present invention is not intended to be limited by this construction. For example, the number in which the wavelength can be changed may be set not to four wavelengths, but to five wavelengths or more wavelengths. Moreover, if it is enough to measure with high precision, this number may be set to not more than 3 wavelengths.

Moreover, in the present embodiment, the laser diodes 3a to 3d are aligned on one PCB 3e so that the light emitting control circuit for the laser diodes 3a to 3d are commonly used, thereby making it possible to simplify the circuit. However, the control circuit may of course be formed for each of the laser diodes 3a to 3d. In addition, a helium neon laser may be included in the laser light sources 3, or one pigment laser, which can emit laser beams having a plurality of wavelengths, may be used.

Moreover, in the above-mentioned embodiment, the laser beams L, which are emitted from the respective laser diodes 3a to 3d, are measured by the independent detectors 8. Therefore, by removing the shutter 4, scattering light Ls may be measured simultaneously. In this case, the measurement time of the particle size distribution may be shortened, or the analysis of the particle size distribution may be conducted by systematically judging the scattering light Ls of the respective wavelengths.

Here, it is noted that the present invention is not intended to be limited with respect to the optical constituent parts such as the shutter 4, the reflection mirror 5, the lens 6, 7 and detectors 8.

Moreover, as illustrated in FIG. 3, the shutter 4 may include holes 4a and 4b, and the laser beam L, which is transmitted through the rotation thereof by a motor 4c, may be selected. Furthermore, the reflection mirror 5 may be provided with slits 5b that are formed in accordance with the respective laser diodes 3a to 3d. Alternatively, a large diameter lens 6' for irradiating the laser beams L from the laser diodes 3a to 3d to the sample 2 may be utilized so that a single large lens replaces a plurality of smaller lenses.

As illustrated in FIG. 2, a lens with a large diameter may also be used as the lens 7' for receiving the diffused light rays Ls. Thus, the lens 7' and the detector 8' may be integrated into a single part. In other words, it is possible to simplify the construction of the apparatus for measuring particle size distribution 1.

FIG. 4 is a schematic view that shows another example of one portion of the laser light sources 3' that can change the wavelength of the laser beam L to be applied. In FIG. 4, reference numbers 9a and 9b represent reflection mirrors. The reflection mirrors 9a and 9b allows the laser beams L from the laser diodes 3a to 3d to be selectively directed to the sample 2. In other words, for example, the reflection mirror 9a is fixed, and the reflection mirror 9b is allowed to slide as

indicated by two-sided arrow B. Thus, it becomes possible to select one of the laser diodes 3a to 3d and direct the laser beam from the laser diode 3a to 3d to the sample 2.

Moreover, the reflection mirror 9b may be fixed, and the laser diodes 3a to 3d may be allowed to slide as indicated by two-sided arrow C together with the PCB 3e. Thus, a laser beam L from any one of the laser diodes 3a to 3d may be directed to the sample 2. Here, the method for shifting the laser diodes 3a to 3d is not particularly limited. As indicated by arrow D, the laser diodes 3a to 3d may be allowed to pivot.

FIG. 5 shows another example of an optical system 10. In the present embodiment, the optical system 10, which directs the laser beams L from the laser light sources 3a to 3d to the sample 2 from different angles, is provided. In other words, a plurality of shutters 11a to 11d are provided which correspond to the respective laser light sources 3a to 3d, reflection mirrors 12a, 12b, and 12d, reflection mirrors 13a to 13d, lenses 14a to 14d, 15a to 15d and detectors 16a to 16d.

Here, in the present embodiment, by changing the irradiating position of the laser beams L without the need for the shutters 11a to 11d, a plurality of laser beams L having different wavelengths can be irradiated to the sample.

In the above-mentioned arrangements shown in FIGS. 1 to 5, which include the laser light sources 3, 3', shutters 4, 11a to 11d, reflection mirrors 5, 13a to 13d, lenses 6, 6', 7, 7', 14a to 14d, 15a to 15d, and reflection mirrors 9a, 9b, 12a to 12d, are only specific examples showing the construction of an apparatus for measuring particle size distribution 1 utilizing dynamic light scattering from the laser beam L, wherein several kinds of laser light sources 3a to 3e having different wavelengths are assembled, and wherein the laser beam L that is not absorbed by a colored sample 2 is made incident thereon so that scattering light Ls having an intensity that enables an analysis with high precision are detected. Therefore, the present invention is not intended to be limited by the above-mentioned combinations and a desirable combination may be made with the same effects.

As described above, in accordance with the present invention, the wavelength of the laser beam is altered depending on the color of a sample and the size of particles to be measured so that, even when a sample to be measured tends to absorb a laser beam having a specific wavelength, the intensity of scattering light can be increased. In other words, it becomes

possible to improve the measuring precision of the apparatus for measuring particle size distribution.

In the case where the laser light source is provided as a plurality of laser light sources that irradiate laser beams having respectively different wavelengths, the construction of each of the
5 laser light sources is simplified. Therefore, it is possible to reduce production costs.

What is claimed is:

1. An apparatus for measuring particle size distribution by irradiating a laser beam to a sample, converting scattering light into an electrical detection signal, and performing inverse operation processes on the detection signal to calculate the particle size distribution of the sample, comprising:

a laser light source for variably changing the wavelength of the laser beam depending on samples; and

a particle size distribution analysis section for calculating the particle size distribution of the sample by using scattering light that are obtained upon application of the laser beam having a wavelength that allows measurement of the strongest scattering light from the sample to be measured.

2. The apparatus for measuring particle size distribution of claim 1, wherein the laser light source includes a plurality of laser light sources for outputting laser beams having respectively different wavelengths.

3. The apparatus for measuring particle size distribution of claim 2, further comprising an optical system adapted to irradiate the laser light from each of the laser light sources at different angles.

4. The apparatus for measuring particle size distribution of claim 2, further comprising a shielding plate adapted to selectively irradiate the laser beams from the laser light sources to the sample.

5. The apparatus for measuring particle size distribution of claim 3, further comprising a shielding plate adapted to selectively irradiate the laser beams from the laser sources sections to the sample.

6. The apparatus for measuring particle size distribution of claim 2, further comprising a reflection mirror adapted to selectively irradiate the laser beams from the laser light sources to the sample.

7. The apparatus for measuring particle size distribution of claim 3, further comprising a reflection mirror adapted to selectively irradiate the laser beams from the laser light sources to the sample.

8. The apparatus for measuring particle size distribution of claim 2, wherein the laser source includes a shiftable element to selectively irradiate the laser beam to the sample.

9. The apparatus for measuring particle size distribution of claim 3, wherein the laser source includes a shiftable element to selectively irradiate the laser beam to the sample.

10. A method of measuring particle size distribution by irradiating a laser beam to a sample, converting resulting scattering light into an electrical detection signal, and performing inverse operation processes on the detection signal to calculate the particle size distribution of the sample, comprising:

variably changing the wavelength of the laser beam to be applied depending on samples;
and

analyzing the particle size distribution of the sample by using scattering light from the sample that are obtained upon application of the laser beam having a wavelength that allows measurement of the strongest scattering light from the sample.

11. The method of claim 10, further comprising:
providing a plurality of laser light sources; and
changing the wavelength of the laser beam by having the plurality of laser light sources irradiate laser beams having respectively different wavelengths.

12. The method of claim 11, further comprising:
attaching an optical system to a laser light source; and
using the optical system to irradiate the laser beams from the laser light source to the sample from different angles.

13. The method of claim 10, further comprising:
providing a shielding plate; and
using the shielding plate to selectively irradiate laser beams from the laser light sources to the sample.

14. The method of claim 11, further comprising:
providing a shielding plate; and
using the shielding plate to selectively irradiate the laser beams from the laser light sources to the sample.

15. The method of claim 10, further comprising;
providing a reflection mirror to selectively irradiate the laser beams from laser light sources to the sample.

16. The method of claim 11, further comprising;
providing a reflection mirror to selectively irradiate the laser beams from laser the light sources to the sample.

17. The method of claim 10, further comprising:
shifting a laser light source to selectively irradiate the laser beam to the sample.

18. The method of claim 11, further comprising:
shifting the laser light source to selectively irradiate the laser beam to the sample.

PARTICLE SIZE DISTRIBUTION MEASURING APPARATUS AND METHOD

ABSTRACT

The present invention provides an apparatus for measuring particle distribution for determining particle size distribution with higher precision by compensating for a reduction in scattering light due to the color of a sample and due to the particle size characterized by Mie scattering theory, and a method for measuring particle size distribution using such an apparatus.

5 The apparatus for measuring particle distribution irradiates a laser beam to be measured, converts the resulting scattering light into an electrical detection signal, and performs inverse operation processes on the detection signal to calculate the particle size distribution of the sample. The measuring apparatus is provided with a laser light source that variably changes the wavelength of the laser beam depending on samples. The measuring apparatus is further provided with a
10 particle size distribution analysis section for calculating the particle size distribution of the sample by using scattering light from the sample that are obtained upon application of the laser beam having a wavelength that allows measurement of the strongest from scattering light the sample.

Fig. 1

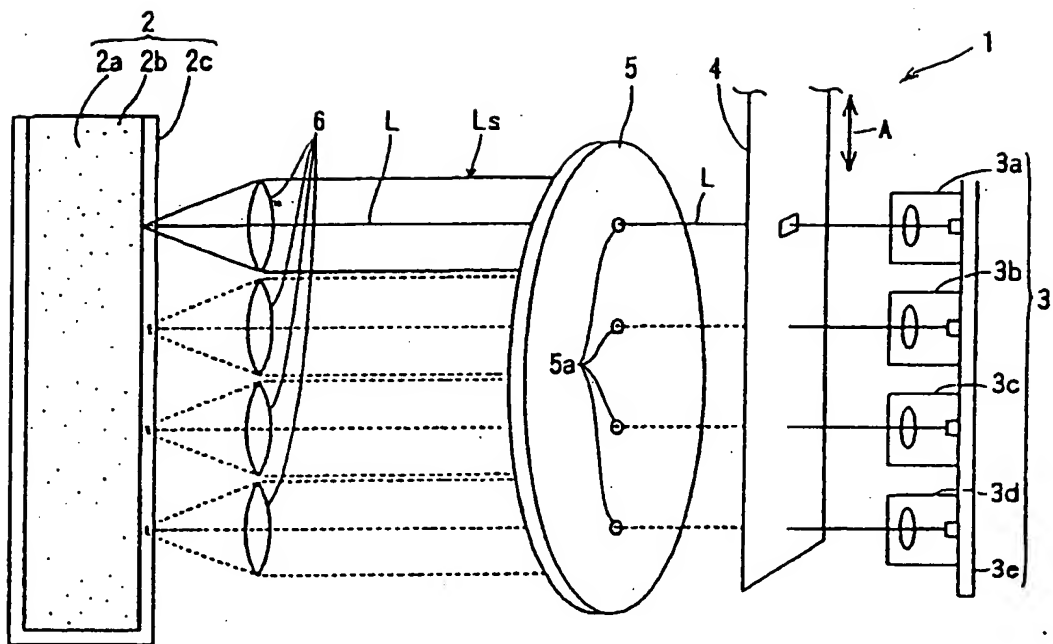


Fig. 2

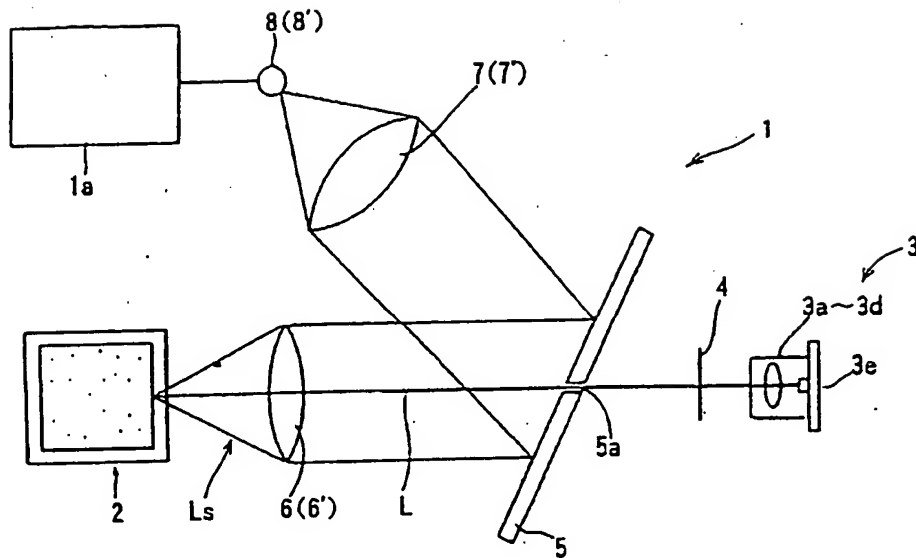


Fig. 3

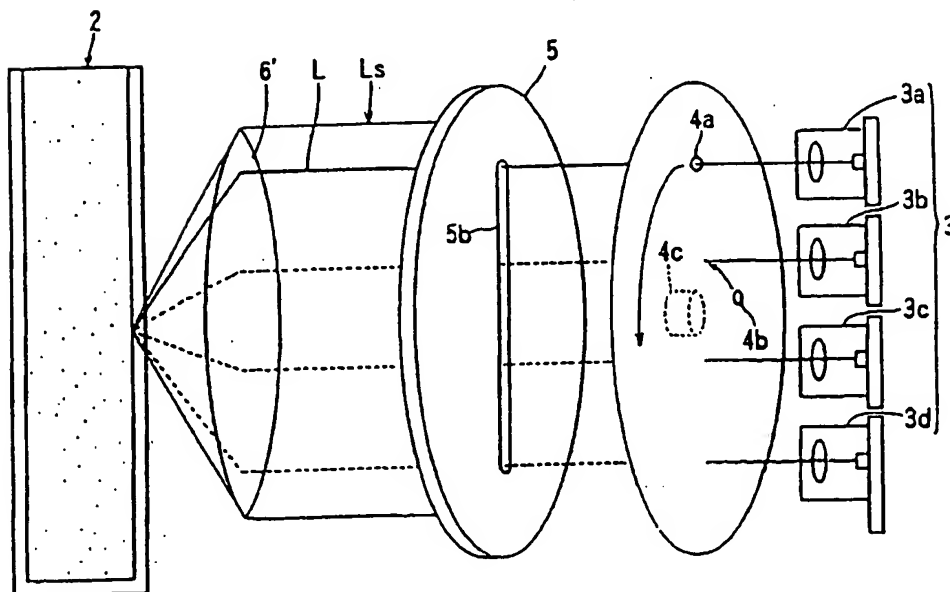


Fig. 4

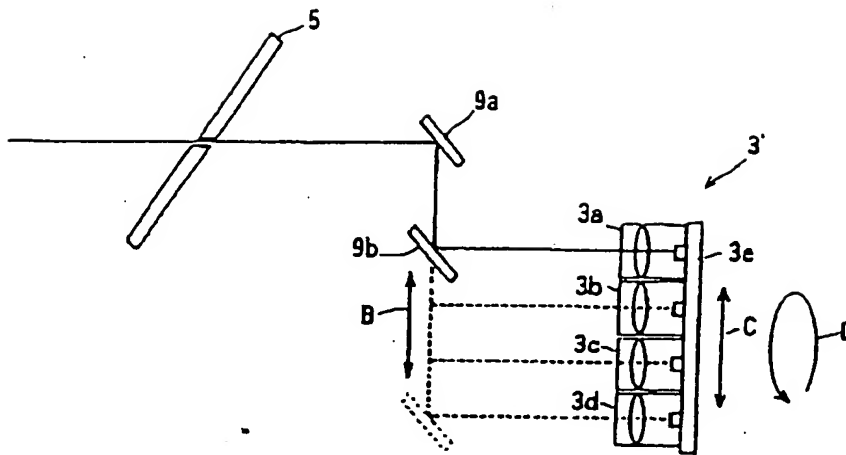


Fig. 5

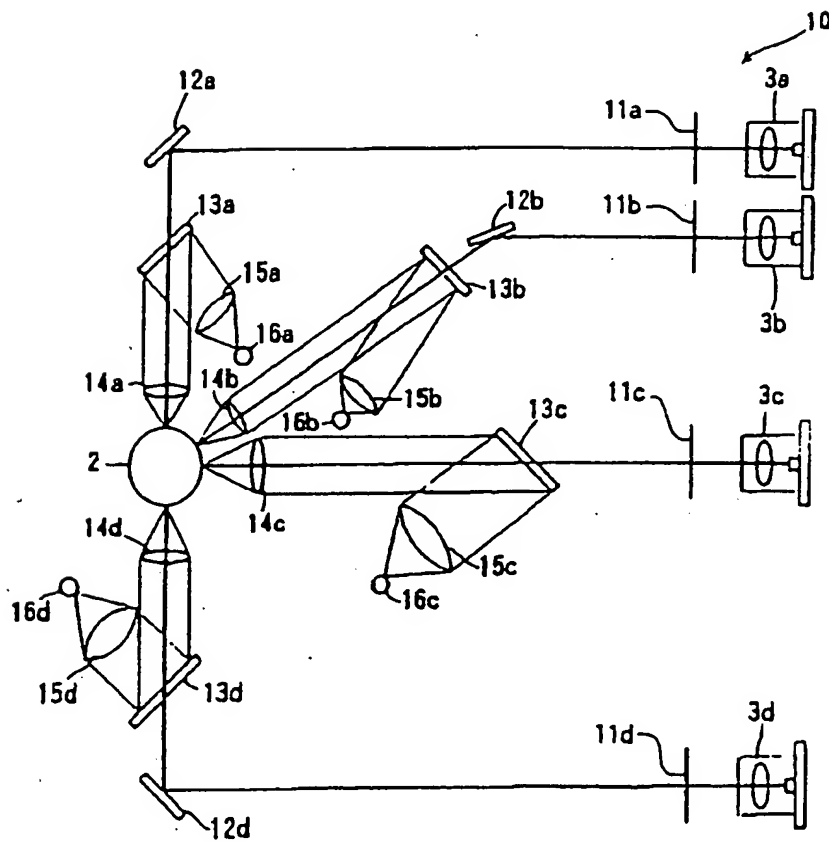


Fig.6

Mie diffusion intensity (180°) $\lambda = 650\text{nm}$ incident

